

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2 0 0 4 年 4 月 2 2 日

出 願 番 号

Application Number:

特 願 2 0 0 4 - 1 2 6 6 5 6

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

J P 2 0 0 4 - 1 2 6 6 5 6

出 願 人

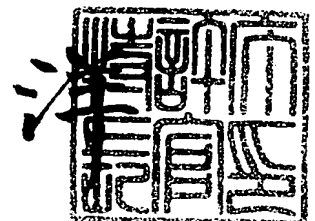
Applicant(s):

J F E スチール株式会社

2 0 0 5 年 5 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【出願書】	特許出願
【整理番号】	2004S00531
【提出日】	平成16年 4月22日
【あて先】	特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】	B22F 1/00
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 内
【氏名】	宇波 繁
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 内
【氏名】	上ノ園 聡
【特許出願人】	
【識別番号】	000001258
【氏名又は名称】	J F E スチール株式会社
【代理人】	
【識別番号】	100099531
【弁理士】	
【氏名又は名称】	小林 英一
【手数料の表示】	
【予納台帳番号】	018175
【納付金額】	16,000円
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	図面 1
【物件名】	要約書 1

【請求項 1】

- Mn： 0.5質量%以下およびMo： 0.2～1.5 質量%を予合金化して含有する鉄基粉末の表面に拡散付着された状態でMoを0.05～1.0 質量%含有する合金鋼粉に、Ni粉： 0.2～5 質量%および／またはCu粉： 0.2～3 質量%を配合することを特徴とする粉末冶金用混合粉体。

【発明の名称】 粉末冶金用混合粉体

【技術分野】

【0001】

本発明は、合金鋼粉を主体とする粉末冶金用混合粉体に関し、特に密度が高く、かつ優れた強度を有する各種焼結金属部品を製造するために好適な粉末冶金用混合粉体に関するものである。

【背景技術】

【0002】

粉末冶金技術は、高寸法精度の複雑な形状の部品をニアネット形状に生産することが可能であり、大幅に切削コストを低減できることから、粉末冶金製品が多方面に利用されている。最近では、部品の小型・軽量化のため、鉄系の粉末冶金製品の高強度化が強く要求されている。

【0003】

粉末冶金用鉄基粉末成形体は、鉄基粉末に、銅粉、黒鉛粉などの合金用粉末と、さらにステアリン酸、ステアリン酸リチウム等の潤滑剤を混合した鉄基粉末混合粉を金型に充填した後、加圧成形し製造されるのが一般的である。鉄基粉末成形体の密度としては、 $6.6 \sim 7.1 \text{ Mg/m}^3$ が一般的である。これら鉄基粉末成形体は、さらに焼結処理を施され焼結体とされ、さらに必要に応じてサイジングや切削加工が施され、粉末冶金製品とされる。また、引張強度や疲労強度を高める必要がある場合は焼結後に浸炭熱処理や光輝熱処理を施されることもある。

【0004】

粉末冶金製品の強度を向上させるために、焼入性を改善する合金元素を鉄基粉末に添加することが一般的に行われている。たとえば特公平6-89365号公報では、フェライト安定化元素であるMoを添加して、Feの自己拡散速度の速い α 単一相を形成して焼結を促進させる目的で、Moを1.5～20質量%の範囲で予合金として含む合金鋼粉が提案されている。しかしながら、Mo添加量が比較的高いため、合金鋼粉の圧縮性が低く、高い成形密度が得られないという欠点があった。

【0005】

一方、特公平7-51721号公報には、鉄粉にMoを0.2～1.5質量%、Mnを0.05～0.25質量%の範囲で予合金化させた、圧粉成形時の圧縮性が比較的高い鋼粉が開示されている。しかしながら、この鋼粉ではMo量が1.5質量%以下であるため α 相単相とならない。したがって、粉末冶金用に一般的に用いられているメッシュベルト炉の焼結温度(1120～1140℃)では、粒子間の焼結の進行が促進されないため、焼結ネック部の強度が低いという問題点があった。

【0006】

また特公昭63-66362号公報では、Moを圧縮成形性を損なわない範囲(Mo: 0.1～1.0質量%)で鉄粉に予合金化し、この鉄粉の粒子表面にCuとNiを粉末の形で拡散付着させることによって、圧粉成形時の圧縮性と焼結後の部材の強度を両立させている。しかしながらこの技術は、特公平7-51721号公報に開示された技術と同様に、Moを予合金化した鉄粉の焼結性があまり良くないので、CuとNiの添加による引張強度と疲労強度の向上には限界があった。

【0007】

このように、従来の合金鋼粉では、圧縮性の向上と焼結性の改善を達成するのは困難であった。

【特許文献1】 特公平6-89365号公報

【特許文献2】 特公平7-51721号公報

【特許文献3】 特公昭63-66362号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 9 】

本発明は、上記した従来技術の問題点を克服し、合金鋼粉を主体とする粉末冶金用混合粉体であって、焼結体の密度を高く維持しながら、引張強度のみならず疲労強度も高めることができる粉末冶金用混合粉体を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

本発明は、Mn： 0.5質量%以下およびMo： 0.2～1.5 質量%を予合金化して含有する鉄基粉末の表面に拡散付着された状態でMoを0.05～1.0 質量%含有する合金鋼粉に、Ni粉： 0.2～5 質量%および／またはCu粉： 0.2～3 質量%を配合する粉末冶金用混合粉体である。

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

本発明の粉末冶金用混合粉体を使用することによって、優れた引張強度と疲労強度を有しかつ緻密な焼結体を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 1 】

以下に本発明の粉末冶金用混合粉体（すなわち合金鋼粉とNi粉，Cu粉を混合した粉体）について、図面にしたがって、さらに詳細に説明する。

【 0 0 1 2 】

まず、合金鋼粉について説明する。

【 0 0 1 3 】

合金鋼粉の製造にあたっては、図2に示すように、まず所定量のMoとMnを予め合金成分として（すなわち予合金として）含有する鉄基粉末(a)とMo含有合金粉末となるMo原料粉末(b)を準備する。

【 0 0 1 4 】

鉄基粉末(a)としては、予合金として含有すべき合金成分を所定量に調整した溶鋼を水ないしガスで噴霧したアトマイズ鉄粉が好ましい。アトマイズ鉄粉は、通常、アトマイズ後に還元性雰囲気（例えば水素雰囲気）中で加熱してCとOを低減させる処理を施すが、本発明の鉄基粉末(a)にはこのような熱処理を施さないアトマイズままの鉄粉を用いることも可能である。

【 0 0 1 5 】

Mo原料粉末(b)としては、金属Mo粉末またはMo含有合金粉末を用いても良いし、あるいはMo含有化合物を用いても良い。Mo含有合金粉末は、市販のフェロモリブデンを粉末としたものが使用できる。また、Mo含有化合物としては、入手の容易さおよび還元反応の容易さから、Mo酸化物が好ましい。

【 0 0 1 6 】

次いで、前記した鉄基粉末(a)とMo原料粉末(b)を、所定の比率で混合(c)する。混合(c)には適用可能な任意の方法（例えばヘンシェルミキサーやコーン型ミキサーなど）を用いることができる。鉄基粉末(a)とMo原料粉末(b)との付着性を改善するために、スピンドル油等を0.1質量%以下の範囲で添加することも可能である。

【 0 0 1 7 】

この混合物を、水素雰囲気等の還元性雰囲気にて、800～1000℃の範囲で熱処理(d)することにより、Moが金属MoまたはMo含有合金として拡散付着した合金鋼粉(e)が得られる。なお、アトマイズままの高C，O量の鉄粉を使用した場合には、熱処理(d)でCとOを低減する。鉄基粉末にアトマイズままの鉄粉を用いた方が、拡散付着処理中にCとOが低減されて、鉄基粉末表面が活性になるため、金属MoまたはMo含有合金の拡散による付着が低温でも確実に起こるので好ましい。

【 0 0 1 8 】

製造された合金鋼粉は、図1に模式的に示すように、金属MoまたはMo含有合金2と鉄基粉末1とが接触する部位3において、金属MoまたはMo含有合金2中のMoの一部が鉄基粉末

1 型」中に拡散して、鉄基粉末 1 表面に付着（以下、拡散付着といふ）している。

【0019】

なおMo原料粉末としてMo酸化物粉を用いた場合には、前記の熱処理(d)においてMo酸化物が金属Moの形態に還元される。その結果、金属Mo粉末またはMo含有合金粉末をMo原料粉末として用いた場合と同様に、拡散付着によって部分的にMo含有量が増加した状態が得られる。

【0020】

このようにして熱処理(d)（拡散付着処理を含む）を行なうと、通常は鉄基粉末1と金属MoまたはMo含有合金2が焼結して固まった状態となるので、所望の粒径に粉碎・分級し、必要に応じさらに焼鈍を施して、合金鋼粉4とする。

【0021】

次に、合金鋼粉4における合金元素量の限定理由について説明する。

【0022】

予合金としてのMo：0.2～1.5質量%

本発明の合金鋼粉4で、予合金として（すなわち予め合金成分として）鉄基粉末1に含まれるMo含有量は、合金鋼粉4の質量に対して0.2～1.5質量%である。予合金としてのMo含有量が1.5質量%を超えても、焼入性向上の効果はさほど変わらず、かえって合金鋼粉4粒子の硬化により圧縮性が低下して好ましくない。経済的な観点からも不利となる。また、予合金としてのMo含有量が0.2質量%未満の合金鋼粉4を成形・焼結後、浸炭処理および焼入れを行なった場合、焼結体中にフェライト相が析出しやすくなり、その結果、焼結体が軟らかく強度的にも低いものとなる。

【0023】

予合金としてのMn：0.5質量%以下

予合金として鉄基粉末1に含まれるMnは、合金鋼粉4の質量に対して0.5質量%以下である。予合金としてのMn含有量が0.5質量%を超えると、Mn含有量に見合う焼入性向上の効果が得られなくなり、かえって合金鋼粉4が硬化して圧縮性が低下する。しかもMnを過剰に消費することになり、製造コストの上昇を招く。一方、Mnは鉄基粉末1中に不可避免的な不純物として0.04質量%は必ず含まれる。Mnを0.04質量%未満に低減させるためには、Mnを除去する処理に長時間を要するので、製造コストの上昇を招く。したがってMnは、0.04～0.5質量%が好ましい。

【0024】

Moの拡散付着量：0.05～1.0質量%

鉄基粉末1はMoとMnとを予合金化して含有するものであり、その鉄基粉末1の表面に金属MoまたはMo含有合金粉末を拡散付着させたものが合金鋼粉4である。合金鋼粉4は、さらに予合金としてのMo含有量 $(Mo)_p$ （質量%）とMoの平均含有量 $(Mo)_T$ （質量%）とが、下記の(1)式を満足する必要がある。

【0025】

$$0.05 \leq (Mo)_T - (Mo)_p \leq 1.0 \quad \dots (1)$$

式中の $(Mo)_T - (Mo)_p$ の意味は、鉄基粉末1表面に拡散付着されたMo量のことであり、以下では $(Mo)_T - (Mo)_p$ を拡散付着量と記載する。

【0026】

Moの拡散付着量が0.05質量%未満では、焼入性向上の効果が少なく、また合金鋼粉4同士の接触面における焼結促進の効果も小さくなる。一方、Moの拡散付着量が1.0質量%を超えても焼入性向上や焼結促進の効果はほとんど改善されず、Moの過剰消費に起因する製造コストの上昇を招く。

【0027】

以上に説明した通り、合金鋼粉4は、予合金として鉄基粉末1中に含有される元素が少ないので、合金鋼粉4の硬度が低レベルに抑えられ、合金鋼粉4の圧縮成形にて高密度の成形体を得られる。また鉄基粉末1粒子の表面にはMoが高濃度で偏析しているので、合金鋼粉4の成形体を焼結するときには、合金鋼粉4同士の接触面で α 単一相が形成される。

ての和を、焼結による合金鋼粉4の平均粒径が促進される。

【0028】

なお本発明では、鉄基粉末1の平均粒径は、特定の数値に限定しないが、工業的に低コストで製造される30~120 μm の範囲内が好適である。なお平均粒径とは、JIS規格Z8801の標準篩で測定した粒度分布により、積算質量分布が50%となる粒子径を指す。

【0029】

以上で説明した合金鋼粉4に所定量のNi粉および／またはCu粉を配合した粉体が、本発明の粉末冶金用混合粉体である。次に、合金鋼粉4に配合するNi粉とCu粉について説明する。なお下記のNi粉とCu粉の配合量（質量%）は、合金鋼粉4の100質量部（100質量%）に対する比率を指す。

【0030】

Ni粉：0.2~5質量%

Ni粉は、合金鋼粉4の焼結反応を活性化し、焼結体の空孔を微細化して、焼結体の引張強度および疲労強度を高める作用を有する。Ni配合量が0.2質量%未満では、焼結反応を活性化する効果が得られない。一方、5質量%を超えると、焼結体中の残留オーステナイトが著しく増加し、焼結体の強度が低下する。したがって、Ni粉は0.2~5質量%の範囲で配合する必要がある。好ましくは0.5~3質量%である。なおNi粉は、Ni酸化物を還元して製造したNi粉や熱分解法で製造したカルボニルNi粉等の従来から知られているNi粉が使用できる。

【0031】

Cu粉：0.2~3質量%

Cu粉は、合金鋼粉4の焼結反応にて液相を形成して焼結反応を促進するとともに、焼結体の空孔を球状化し、焼結体の引張強度および疲労強度を高める作用を有する。Cu配合量が0.2質量%未満では、焼結体の強度を高める効果が得られない。一方、3質量%を超えると、焼結体が脆化する。したがって、Cu粉は0.2~3質量%の範囲で配合する必要がある。好ましくは1~2質量%である。なおCu粉は、電解Cu粉やアトマイズCu粉等の従来から知られているCu粉が使用できる。

【0032】

Ni粉、Cu粉は、いずれか一方のみを合金鋼粉4に配合しても良いし、あるいは両方を合金鋼粉4に配合しても良い。Ni粉またはCu粉の一方のみを配合する場合は、Ni粉を0.2~5質量%の範囲で配合するか、またはCu粉を0.2~3質量%の範囲で配合する。Ni粉およびCu粉の両方を配合する場合は、Ni粉を0.2~5質量%の範囲で配合し、さらにCu粉を0.2~3質量%の範囲で配合する。

【実施例】

【0033】

以下に実施例でさらに詳細に本発明について説明するが、本発明の粉末冶金用混合粉体とその用途は、以下の例に何ら限定されるものではない。

【0034】

所定量のMoおよびMnを含む溶鋼を水アトマイズ法によって噴霧して、アトマイズままの鉄基粉末とした。この鉄基粉末にMo原料粉末としてMoO₃粉末を所定の比率添加し、V型混合器で15分間混合した。

【0035】

この混合粉を露点30℃の水素雰囲気中で熱処理（保持温度 875℃，保持時間 1 hr）して、MoO₃粉末をMo金属粉末に還元するとともに、鉄基粉末の表面に拡散付着させて合金鋼粉を製造した。なお、いずれの合金鋼粉も平均粒径は70~90 μm の範囲にあった。その合金鋼粉に平均粒径4 μm のNi粉および平均粒径20 μm のCu粉を配合し、V型混合機で15分間混合し、粉末冶金用混合粉体とした。このようにして得られた粉末冶金用混合粉体は、表1に示す通りである。

【0036】

試料 No	粉末冶金用混合粉体					備考
	合金鋼粉			Ni 粉 * (質量部)	Cu 粉 * (質量部)	
	鉄基粉末		Mo 拡散 付着量 (質量%)			
	Mn 予合金量 (質量%)	Mo 予合金量 (質量%)				
1	0.21	0.62	0.0	1.0	—	比較例 発明例
2	0.21	0.62	0.2	1.0	—	
3	0.21	0.62	0.6	1.0	—	
4	0.21	0.62	0.8	1.0	—	
5	0.21	0.62	1.2	1.0	—	比較例
6	0.19	0.12	0.4	0.5	2.0	
7	0.21	0.62	0.4	0.5	2.0	発明例
8	0.21	1.03	0.4	0.5	2.0	
9	0.20	1.45	0.4	0.5	2.0	
10	0.19	1.79	0.4	0.5	2.0	
11	0.56	0.59	0.4	0.5	2.0	比較例
12	0.20	0.81	0.2	0.1	—	
13	0.20	0.81	0.2	0.5	—	
14	0.20	0.81	0.2	1.0	—	
15	0.20	0.81	0.2	4.0	—	比較例 発明例
16	0.21	0.62	0.6	—	0.1	
17	0.21	0.62	0.6	—	0.5	
18	0.21	0.62	0.6	—	1.0	
19	0.21	0.62	0.6	—	2.0	比較例
20	0.21	0.62	0.6	—	4.0	

*：—は配合を行なわないことを示す

【0037】

表1中の試料No. 2～4は、Mo予合金量，Mn予合金量，Mo拡散付着量，Ni粉配合量が本発明の範囲を満足する例である。試料No. 1，5は、Mo拡散付着量が本発明の範囲を外れる例である。

【0038】

試料No. 7～9は、Mo予合金量，Mn予合金量，Mo拡散付着量，Ni粉配合量，Cu粉配合量が本発明の範囲を満足する例である。試料No. 10は、Mo予合金量が本発明の範囲を外れる例，試料No. 6，11は、Mn予合金量が本発明の範囲を外れる例である。

【0039】

試料No. 13～15は、Mo予合金量，Mn予合金量，Mo拡散付着量，Ni粉配合量が本発明の範囲を満足する例である。試料No. 12は、Ni粉配合量が本発明の範囲を外れる例である。

【0040】

試料No. 17～19は、Mo予合金量，Mn予合金量，Mo拡散付着量，Cu粉配合量が本発明の範囲を満足する例である。試料No. 16，20は、Cu粉配合量が本発明の範囲を外れる例である。

【0041】

これらの粉末冶金用混合粉体 100質量部に合金化用粉末として黒鉛 0.3質量部と潤滑剤としてステアリン酸リチウム 0.8質量部を添加して、V型混合機で15分間混合した。次いで、粉末冶金用混合粉体を 130℃に加熱し、さらに金型（温度：130℃）に充填して加圧

【0042】

この成形体に、RX雰囲気（ N_2 - 32体積% H_2 - 24体積% CO - 0.3体積% CO_2 ）中で焼結（焼結温度1130℃，焼結時間20分）を施して、焼結体とした。得られた焼結体にカーボンポテンシャル 0.8質量%でガス浸炭（保持温度 870℃，保持時間60分）した後、焼入れ（焼入れ温度60℃，油焼入れ）および焼戻し（焼戻し温度 200℃，焼戻し時間60分）を行なった。なお、カーボンポテンシャルは、鋼を加熱する雰囲気の浸炭能力を示す指標であり、その温度で、そのガス雰囲気と平衡に達したときの鋼の表面の炭素濃度で表わす。

【0043】

この焼結体の密度，引張強度，回転曲げ疲労強度を測定した。その結果は表2に示す通りである。なお、密度は、JIS規格Z2501に準拠して測定した。引張強度は、平行部の直径5mm，長さ15mmの小型丸棒試験片を焼結体から採取して、室温で引張試験を行なって測定した。回転曲げ疲労強度は、平行部の直径8mm，長さ15.4mmの平滑丸棒試験片を採取し、小野式回転曲げ疲労試験機を用いて 10^7 回で破壊を生じない荷重から算出した。

【0044】

【表2】

試料No	焼結体			備考
	密度 (Mg/m^3)	引張強度 (MPa)	回転曲げ 疲労強度 (MPa)	
1	7.30	1200	310	比較例
2	7.32	1450	430	発明例
3	7.33	1510	450	
4	7.34	1440	430	
5	7.34	1210	320	比較例
6	7.29	1170	310	
7	7.29	1410	410	発明例
8	7.28	1430	430	
9	7.26	1400	400	
10	7.19	1190	300	比較例
11	7.16	1120	280	
12	7.29	1250	320	
13	7.30	1340	430	発明例
14	7.31	1480	450	
15	7.32	1490	440	
16	7.31	1170	310	比較例
17	7.32	1400	410	発明例
18	7.31	1410	420	
19	7.30	1450	430	
20	7.28	1100	280	比較例

【0045】

表2から明らかのように、試料No. 1～5の中の発明例（試料No. 2～4）と比較例（試料No. 1，5）を比べると、密度の差異は認められなかったが、引張強度と回転曲げ疲労強度は発明例の方が優れていた。

【0046】

試料No. 7～11の中の発明例（試料No. 7～9）と比較例（試料No. 6，10，11）を比

いること、密度、引張強度、回転曲げ疲労強度は、いずれも発明例の方が優れていた。

【0047】

試料No. 12～15の中の発明例（試料No. 13～15）と比較例（試料No. 12）を比べると、密度の差異は認められなかったが、引張強度と回転曲げ疲労強度は発明例の方が優れていた。

【0048】

試料No. 16～20の中の発明例（試料No. 17, 19）と比較例（試料No. 16, 20）を比べると、密度の差異は認められなかったが、引張強度と回転曲げ疲労強度は発明例の方が優れていた。

【図面の簡単な説明】

【0049】

【図1】本発明の粉末冶金用混合粉体で使用する合金鋼粉の例を模式的に示す断面図である。

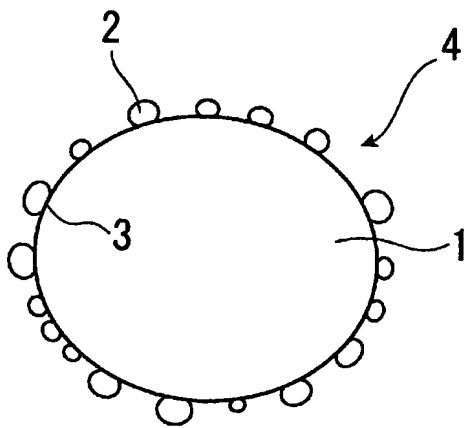
【図2】本発明の粉末冶金用混合粉体で使用する合金鋼粉の製造工程の例を示すブロック図である。

【符号の説明】

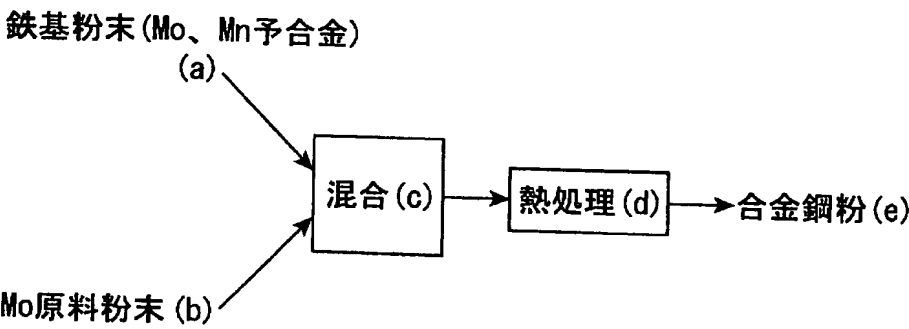
【0050】

- 1 鉄基粉末
- 2 Mo含有合金
- 3 接触する部位
- 4 合金鋼粉

【 図 1 】



【 図 2 】



【要 約】

【課 題】 合金鋼粉を主体とする粉末冶金用混合粉体であって、焼結体の密度を高く維持しながら、引張強度のみならず疲労強度も高めることができる粉末冶金用混合粉体を提供する。

【解決手段】 Mn： 0.5質量%以下およびMo： 0.2～1.5 質量%を予合金化して含有する鉄基粉末の表面に拡散付着された状態でMoを0.05～1.0 質量%含有する合金鋼粉に、Ni粉： 0.2～5 質量%および／またはCu粉： 0.2～3 質量%を配合する。

【選択図】 図 1

0 0 0 0 0 1 2 5 8

20030401

名称変更

5 9 9 0 3 7 7 7 9

東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
J F E スチール株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/008092

International filing date: 21 April 2005 (21.04.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-126656
Filing date: 22 April 2004 (22.04.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 02 June 2005 (02.06.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse